

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

19 RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE
PARIS



11 N° de publication :
(A utiliser que pour
le classement et les
commandes de reproduction)

2.074.338

21 N° d'enregistrement national
(A utiliser pour les paiements d'annuités,
les demandes de copies officielles et toutes
autres correspondances avec l'INPI)

70.46821

31 B2214 + B, F

15 BREVET D'INVENTION

31 B221711

PREMIÈRE ET UNIQUE
PUBLICATION

22 Date de dépôt : 28 décembre 1970, à 15 h 30 mn.
Date de la décision de délivrance : 6 septembre 1971.
Publication de la délivrance : B.O.P.I. - «Listes» n. 39 du 1-10-1971.

51 Classification internationale (Int. Cl.) : B 29 d 7/00/C 08 f 29/00, 45/00, 47/00;
D 21 h 5/00.

71 Déposant : Société dite : SEKISUI KAGAKU KOGYO KABUSHIKI KAISHA, résidant au
Japon.

73 Titulaire : *Idem* 71

74 Mandataire : Guéret & Bloch, Conseils en brevets d'invention.

54 Procédé de fabrication de papier synthétique.

72 Invention de :

33 32 31 Priorité conventionnelle : Demandes de brevets déposées au Japon le 26 décembre 1969,
n. 539/1970, n. 540/1970, le 29 décembre 1969, n. 219/1970, le 12 janvier 1970,
n. 3.674/1970, n. 3.675/1970, n. 3.676/1970, le 16 janvier 1970, n. 4.656/1970 et
n. 4.657/1970 au nom de la demanderesse.

La présente invention a pour objet un procédé de fabrication de papier synthétique. Elle vise plus précisément un procédé de fabrication de papier synthétique léger et très résistant constitué par une résine oléfinique.

5 On connaît déjà un procédé de fabrication de papier synthétique par étirage d'une feuille non étirée constituée par une résine oléfinique et une charge. Mais ce procédé déjà connu ne peut donner un papier synthétique dans lequel les pores sont répartis uniformément sur toute sa section transversale. Une
10 feuille avec des pores de grandes dimensions répartis uniformément présente une surface grossière et de bonnes caractéristiques graphiques quand on l'utilise avec un instrument d'écriture par exemple une plume et des crayons et est de plus - plus légère, mais présente l'inconvénient d'avoir une résistance mécanique très faible. Inversement, une feuille comportant des pores
15 uniformément répartis de dimensions plus petites a une résistance mécanique satisfaisante mais ne peut être débarrassée du défaut gênant que constitue la densité élevée du papier synthétique.

20 Pour remédier à ces défauts, on a essayé de produire une feuille dont les surfaces supérieure et inférieure ont des pores de dimensions diverses en faisant passer une feuille non étirée d'une résine oléfinique entre des cylindres dont les températures diffèrent d'au moins 10°C. Dans la feuille obtenue, les pores
25 d'une face ont des dimensions plus grandes que les pores de l'autre. Cette feuille est donc, dans une certaine mesure, satisfaisante en ce qui concerne sa faible densité et la conservation de la résistance mécanique. Cependant, les caractéristiques mécaniques d'une face diffèrent de celles de l'autre et la
30 feuille est souvent déchirée pendant l'impression à cause de la tension appliquée à la feuille, ou bien un barbouillage se produit pendant l'impression. Par conséquent, ces feuilles n'ont que des applications restreintes.

La présente invention a, par suite, pour objet un papier
35 synthétique constitué par une résine oléfinique dont on a éliminé les défauts sus-mentionnés.

Le papier synthétique produit selon l'invention comporte une répartition symétrique des dimensions des pores par rapport
40 à l'axe horizontal d'une section quelconque de la feuille (autrement dit du plan médian de la feuille) quand on la regarde

au microscope et en ce qui concerne la structure de la section transversale de la feuille étirée de résine oléfinique, les dimensions des pores de la couche intérieure diffèrent de celles des pores des deux couches superficielles. Le papier synthétique selon l'invention est léger et a des caractéristiques de résistance mécaniques telles que la résistance à la traction, la résistance au déchirement ou la résistance à la flexion élevées. De plus, il ne se rompt pas par déformation sous contrainte et il a une aptitude à l'impression satisfaisante avec une encre aqueuse ou une encre oléique, les tampons ou les machines à écrire et de bonnes caractéristiques graphiques avec un instrument d'écriture tel qu'un crayon ou une plume.

L'invention a donc pour objet un procédé de fabrication d'un papier synthétique qui comprend l'étirage d'une feuille non étirée de résine oléfinique dans les conditions de température (1) ou (2) :

(1) A une température inférieure à la température de fusion de ladite résine, la température de la couche intérieure de la feuille différant de celle des deux couches superficielles d'au moins 10°C,

(2) à une température telle que l'une et l'autre des couches superficielles et la couche intérieure soient à une température inférieure à celle de fusion de ladite résine tandis que l'autre est à une température au moins égale à la température de fusion de ladite résine mais ne dépassant pas cette température de fusion de plus de 40°C.

L'expression "température de fusion" de ladite résine oléfinique, employée dans le mémoire descriptif et les revendications ci-annexées signifie la température au-dessus de laquelle les cristaux disparaissent (quand la résine oléfinique est cristalline); et la température au-dessus de laquelle la résine tend à couler rapidement (si la résine oléfinique n'est pas cristalline ou à une cristallinité extrêmement faible).

La résine oléfinique à employer dans la présente invention comporte des homopolymères ou copolymères d'oléfines- α , en particulier d'oléfines- α de C_2 à C_4 et leurs mélanges. Il est souhaitable que ladite résine oléfinique ait un indice de fusion au plus égal à 10, de préférence compris entre 0,01 à 5.

On peut citer comme exemples particuliers d'homopolymères d' α -oléfines de C_2 à C_4 le polyéthylène haute pression, le

polyéthylène moyenne pression, le polyéthylène basse pression, le polypropylène et le polybutène-1 et les homopolymères sus-
mentionnés dont certains atomes sont facultativement substitués
par d'autres atomes ou groupes d'atomes, tels que le polyéthylène chloré ou le polypropylène chloré.

On peut citer comme exemples de copolymères d'oléfines- α -de 2 à 4 atomes de carbone ceux contenant au moins 50 % d' α -oléfines avec un monomère copolymérisable avec elles, par exemple les copolymères d'éthylène et acétate de vinyle, d'éthylène et chlorure de vinyle, d'éthylène et styrène, d'éthylène et acrylate d'éthyle, d'éthylène et propylène, les copolymères d'éthylène et acide acrylique, propylène et chlorure de vinyle, de propylène et styrène, de propylène et acrylate d'éthyle et de propylène et acétate de vinyle.

Les résines oléfiniques à employer dans la présente invention peuvent être mélangées avec une résine peu compatible avec ladite résine oléfinique dans une proportion pondérale de 100 parties, de préférence 5 à 80 parties pour 100 parties de ladite résine oléfinique.

L'expression "résine peu compatible avec la résine oléfinique" signifie une résine qui n'est pas parfaitement compatible avec ladite résine oléfinique mais ne donne pas lieu, cependant, à une séparation de phase importante quand elle est mélangée à la résine oléfinique au cours de l'opération de production d'une feuille non étirée. On peut citer comme résines de ce genre : les résines de styrène, telles que les homopolymères de styrène, les homopolymères d'un dérivé du styrène, tel que l' α -méthylstyrène, les copolymères de styrène et d' α -méthylstyrène et les copolymères de styrène ou les dérivés du styrène avec d'autres monomères copolymérisables, par exemple les copolymères de styrène et méthacrylate de méthyle, les copolymères de styrène et acrylonitrile, les copolymères de styrène, butadiène et acrylonitrile, les copolymères de méthacrylate de méthyle, butadiène et styrène ou les copolymères d' α -méthylstyrène et méthacrylate de méthyle; les résines polyamides préparées par condensation d'acides aminocarboxyliques et les produits de la condensation d'acides difonctionnels avec deux diamines, tels que le nylon 66, le nylon 6, le nylon 610 et le nylon 11; les résines de polyacétal, telles que les polymères du formaldéhyde ou les copolymères thermoplastiques du formaldéhyde avec d'au-

tres monomères copolymérisables, par exemple le Delrin (marque commerciale de Du Pont), le Celcon (marque commerciale de la Cellanese Corporation) ou les Duracon (marque commerciale de la Polyplastics Corporation) existant dans le commerce; les résines de polyacrylate, telles que les résines de méthacrylate de méthyle, les copolymères de méthacrylate de méthyle et styrène, les copolymères de méthacrylate de méthyle et d' α -méthylstyrène, et les copolymères de méthacrylate de méthyle avec d'autres monomères copolymérisables; les résines à base de chlorure de vinyle par exemple le polychlorure de vinyle, les copolymères de chlorure de vinyle et acétate de vinyle, les copolymères de chlorure de vinyle et éthylène, les copolymères de chlorure de vinyle et vinylidène et les copolymères du chlorure de vinyle avec d'autres monomères copolymérisables; les résines d'acétate de vinyle, telles que l'acétate de polyvinyle, les copolymères d'acétate de vinyle et chlorure de vinyle, les copolymères d'acétate de vinyle et éthylène et les copolymères d'acétate de vinyle avec d'autres monomères copolymérisables; les résines phénoxy, telles que les résines époxydes thermoplastiques préparées par cocondensation d'un bisphénol A et d'une épichlorhydrine; et les substances caoutchouteuses de poids moléculaire élevée, telles que le polyisoprène le polyisobutylène, le polybutadiène, l'oxyde de propylène polymérisé, les copolymères caoutchouteux d'éthylène et propylène, le caoutchouc butyle, le caoutchouc de styrène et butadiène, le caoutchouc d'acrylonitrile, le caoutchouc de chloroprène, divers caoutchoucs acryliques et les caoutchoucs naturels.

On peut incorporer des charges minérales en poudre fine dans les résines oléfiniques utilisées dans l'invention. On peut citer comme exemples de charges minérales de ce genre la terre d'infusoires, la silice, le talc, le kaolin, les zéolites, les micas, l'amiante, les carbonates de calcium, le carbonate de magnésium, le sulfate de calcium, l'argile, l'alumine, le sulfate de baryum, le sulfate de zinc, le lithopone, l'oxyde de titane TiO_2 et les fleurs de zinc (blanc de zinc), celles particulièrement recommandées étant la terre d'infusoires, la silice, le talc, le kaolin, les zéolites, les micas et l'amiante. La proportion pondérale de charges minérales à incorporer ne dépasse pas 300 parties, et est comprise de préférence entre 20 et 200 parties, pour 100 parties de résine oléfinique.

Selon la destination choisie pour le papier synthétique selon l'invention, on peut incorporer des stabilisants vis-à-vis de la chaleur, des plastifiants, des agents antistatiques, des lubrifiants, des produits absorbants les rayons ultra-violets, des colorants, des pigments et d'autres additifs dans les homopolymères, les copolymères ou les mélanges de ceux-ci faisant partie du groupe de résines oléfiniques utilisées dans la présente invention.

Selon le procédé de la présente invention, la résine oléfinique décrite est tout d'abord façonnée en feuilles. Le "terme "feuille" signifie des feuilles coulées, des pellicules et des plaques. Les feuilles peuvent être façonnées par des procédés classiques par exemple par extrusion, moulage par injection, laminage, compression ou soufflage. Par exemple, la résine oléfinique est mélangée intimement en utilisant une machine telle qu'un mélangeur Banbury, un broyeur mélangeur à cylindres ou un malaxeur par extrusion et la résine fondue est ensuite soumise à un passage à la calandre à rouleaux pour la transformer en feuille. En variante, la résine est introduite dans une extrudeuse avec ou sans malaxage préalable dans un mélangeur Henschel ou un mélangeur de grande puissance, malaxée puis fondue dans l'extrudeuse et extrudée sous forme de feuille.

L'épaisseur de la feuille non étirée de résine oléfinique ainsi obtenue est fonction de l'opération d'étirage ultérieure, des applications envisagées de la feuille synthétique etc... En général, l'épaisseur préférée est comprise entre 0,2 et 5 mm ou mieux encore entre 0,3 et 3 mm.

La feuille non étirée ainsi obtenue est ensuite étirée par le procédé de la présente invention.

Selon un premier procédé de mise en oeuvre de l'invention, la feuille non étirée de résine oléfinique est étirée à une température inférieure à la température de fusion de ladite résine, avec un écart de température d'au moins 10°C entre la couche intérieure et les deux couches superficielles de la feuille. Cet étirage permet d'obtenir une feuille étirée ayant une structure poreuse dans laquelle les dimensions des pores diffèrent quand on passe des couches superficielles à la couche intérieure et du point de vue macroscopique, la répartition des dimensions des pores est symétrique par rapport à l'axe d'une section transversale de la feuille (plan médian de la

feuille). Suivant les applications envisagées du papier synthétique obtenu selon l'invention, par exemple l'impression ou l'écriture, les dimensions des pores des couches superficielles peuvent être inférieures ou supérieures à celles de ceux de la couche intérieure.

Selon un premier mode d'exécution du procédé selon l'invention, on étire une feuille non étirée de résine oléfinique à une température inférieure à la température de fusion de ladite résine oléfinique, la température des deux couches superficielles étant maintenue supérieure d'au moins 10°C à celle de la couche intérieure.

Le produit obtenu selon le premier mode d'exécution susmentionné a une bonne aptitude à prendre l'impression, en particulier avec l'encre d'imprimerie, étant donné que la structure des pores des couches superficielles de la feuille est plus fine et plus dense (plus grand nombre de pores par unité de volume) que celle de la couche intérieure. Les petites dimensions des pores des couches superficielles du produit selon l'invention sont destinées à maintenir la résistance mécanique de la feuille et les dimensions plus importantes des pores de la couche intérieure contribuent à réduire le poids de la feuille.

Les feuilles étirées obtenues par le premier mode de mise en oeuvre du procédé selon l'invention peuvent être étirées à nouveau à une température inférieure à la température de fusion de la résine oléfinique et à une température plus élevée ou plus basse que la température des couches superficielles employées lors de l'étirage initial. Ce second étirage conduit à une nouvelle amélioration des caractéristiques superficielles de la feuille étirée et à une diminution de la densité de cette feuille.

Selon un second mode de mise en oeuvre du procédé selon l'invention, on étire une feuille non étirée de résine oléfinique à une température inférieure à la température de fusion de ladite résine oléfinique, la température de la couche intérieure de la feuille étant maintenue à une valeur supérieure d'au moins 10°C à celle des deux couches superficielles.

Le produit obtenu par le second mode d'exécution décrit ci-dessus est utilisable pour l'écriture avec des crayons ou des plumes étant donné que la structure des pores de la couche intérieure est plus fine et plus dense que celle des deux cou-

ches superficielles. Les grandes dimensions des pores des deux couches superficielles du produit ainsi obtenu contribuent à diminuer la densité de la feuille et les dimensions inférieures des pores de la couche intérieure servent à maintenir la résistance mécanique de la feuille.

La feuille étirée peut être étirée à nouveau à une température inférieure à la température de fusion de la résine oléfinique et à une température supérieure ou inférieure à celle de la couche intérieure lors du premier étirage. On peut donc obtenir un produit ayant des caractéristiques superficielles encore améliorées et une densité plus faible.

La température employée pour l'étirage d'une feuille non étirée peut être déterminée en spécifiant la température des couches superficielles après chauffage de la feuille non étirée à la température choisie pour la couche intérieure. La température des couches superficielles peut être obtenue par divers procédés, y compris un procédé de laminage dans lequel on fait passer la feuille une ou plusieurs fois entre des cylindres froids ou chauds maintenus à une température différant de la température de la couche intérieure d'au moins 10°C; un procédé de chauffage ou de refroidissement par l'air dans lequel on utilise de l'air ayant une température différant de celle de la couche intérieure d'au moins 10°C; un procédé utilisant une enceinte de chauffage ou de refroidissement, dans lequel la feuille passe à travers une enceinte maintenue à une température différant de celle de la couche intérieure d'au moins 10°C; ou bien un procédé utilisant une cuve de chauffage ou de refroidissement, dans lequel on fait passer la feuille à travers une cuve remplie d'huile ou d'eau à une température différant de celle de la couche intérieure d'au moins 10°C.

Il est préférable que la feuille non étirée soit soumise à la température des couches superficielles pendant le moins de temps possible pour éviter toute influence de la température de la couche superficielle sur la température de la couche intérieure.

La température employée lors du second étirage peut être fixée par un des procédés sus-mentionnés pour déterminer la température des couches superficielles. Au cours du second étirage, la température des couches superficielles peut être ou non égale à celle de la couche intérieure.

L'étirage peut être mis en oeuvre suivant un ou plusieurs axes en même temps ou successivement, de manière connue. L'étirage suivant plusieurs axes le plus courant est un étirage biaxial dans les sens de la longueur et de la largeur et, on utilise de préférence, dans ce but, une étireuse à tendeur.

Le taux d'étirage peut être choisi de manière à obtenir une feuille dont la structure comporte des pores et diffère suivant les propriétés mécaniques et les usages etc... du produit. En général, dans le cas du premier étirage, le taux dans une direction est d'au moins 1,5 et compris, de préférence, entre 1,8 et 8, et, dans le cas du second étirage, il est d'au moins 1,2 et compris, de préférence, entre 1,5 et 2.

Selon un second procédé de mise en oeuvre de l'invention, une feuille non étirée de résine oléfinique du type sus-mentionné est étirée à une température telle que l'une quelconque des couches superficielles et la couche intérieure soient à une température inférieure à celle de fusion de ladite résine oléfinique et que l'autre soit à une température supérieure ou égale à la température de fusion de la résine tout en ne dépassant pas cette température de fusion de plus de 40°C.

Selon un premier mode de mise en oeuvre du second procédé, on étire une feuille non étirée de ladite résine oléfinique à une température telle que les couches superficielles soient maintenues à une température au moins égale à la température de fusion de la résine, mais ne la dépassant pas de plus de 40°C, et la couche inférieure soit maintenue à une température inférieure à la température de fusion de la résine.

La feuille étirée obtenue selon ce mode d'exécution est une feuille tenace et légère dont les deux surfaces sont lisses tandis que la couche intérieure a une structure poreuse. Ces feuilles sont utilisables pour l'impression avec une encre d'imprimerie qui contient un solvant capable de dissoudre la couche superficielle fondue.

Selon un second mode de mise en oeuvre du second procédé, on étire une feuille non étirée de ladite résine oléfinique à une température telle que les couches superficielles de la feuille soient maintenues à une température inférieure à la température de fusion de la résine et que l'autre couche soit maintenue à une température au moins égale à la température de fusion de la résine mais ne dépassant pas cette température de fusion de plus

de 40°C. Ce procédé permet d'obtenir une feuille étirée avec des couches superficielles poreuses et une couche intérieure pratiquement sans aucun pore. Puisque cette feuille a des couches superficielles poreuses, elle a non seulement une aptitude à prendre l'impression et des caractéristiques graphiques supérieures, mais aussi, elle est légère et tenace étant donné la présence d'une couche dense à l'intérieur.

La feuille étirée obtenue par le second procédé selon l'invention dans laquelle, soit les couches superficielles, soit la couche intérieure sont pratiquement dépourvues de pores peut, si on le désire, être étirée à nouveau à une température inférieure à la température de fusion de la résine oléfinique. Il est possible, grâce à cet étirage, de créer des pores dans les couches pratiquement dépourvues de pores et on peut obtenir un papier synthétique dont la section transversale a une structure poreuse en tous points et dans laquelle les dimensions des pores varient des couches superficielles en direction de la couche intérieure.

La température d'étirage dans le second procédé peut être déterminée de la manière décrite ci-dessus à propos du premier procédé et on peut utiliser les mêmes opérations et taux d'étirage.

Les feuilles étirées obtenues conformément au mode de mise en oeuvre précitée peuvent être utilisées directement dans diverses applications, telles que l'impression, l'écriture ou l'emballage. Ces feuilles peuvent être traitées pour augmenter encore leurs caractéristiques superficielles.

Ce traitement complémentaire peut être exécuté, par exemple, en traitant à chaud la feuille étirée à une température inférieure à la température de fusion de la résine oléfinique, sous une tension permettant un retrait de la feuille. L'expression "sous une tension permettant un trait de la feuille" signifie l'exclusion des feuilles à l'état complètement détendu. En particulier, il est préférable que la feuille subisse un retrait sous une tension telle qu'il ne se produise pas de désagrégation de la feuille, notamment quand on la fait glisser dans un support de feuille à la suite de son retrait. Le retrait de la feuille peut représenter au moins 1 % de ses dimensions avant retrait. Si la feuille subit un retrait entre 2 et 10 %, l'aptitude à l'impression avec une encre oléique ou les propriétés graphiques avec un instrument d'écriture sont améliorées de même que la ré-

gularité et le brillant de la surface. La température nécessaire pour le retrait est inférieure à la température de fusion de la résine oléfinique. Des températures trop basses prolongent exagérément la durée du retrait et par conséquent il est préférable que cette température soit aussi proche que possible de la température de fusion. La température de retrait peut être atteinte par tout procédé connu par exemple en utilisant l'air chaud, des radiateurs infrarouges, un bain d'eau ou d'huile.

Un autre procédé de traitement complémentaire de la feuille étirée consiste à faire passer la feuille dans une calandre à rouleaux, avec ou sans imprégnation préalable par une dispersion ou solution d'une résine thermoplastique, telle que les résines de styrène, les résines polyvinyliques, les résines d'acétate de vinyle, les résines de polyacrylate ou les résines de polyamide, ou d'une résine thermodurcissable, telle que les résines phénoliques, les résines d'urée, les résines mélamines et les résines cétoniques. Le passage à la calandre peut être effectué à température inférieure à la température de fusion de la résine oléfinique, la pression entre les rouleaux étant maintenue entre 10 et 70 kg/cm², de préférence entre 30 et 60 kg/cm². Grâce à ce passage à la calandre, les pores des couches superficielles de la feuille étirée deviennent plus petits et plus nombreux par unité de volume (ou denses) et l'aptitude à prendre l'impression et les caractéristiques graphiques de la feuille sont encore améliorées. De plus, la feuille passée à la calandre a une raideur, un brillant superficiel, une régularité de la surface et une résistance superficielle améliorées.

Le papier synthétique obtenu par le procédé selon l'invention a une couche intérieure poreuse et des couches superficielles poreuses, dans lesquelles les dimensions des pores varient lorsqu'on passe de la couche intérieure aux couches superficielles et la répartition des dimensions des pores est symétrique par rapport au plan médian de la feuille. Le papier synthétique selon l'invention a une densité plus faible, un poids moindre et une transparence moindre que les feuilles classiques de résine oléfinique de structure poreuse. De plus, il a des caractéristiques mécaniques, par exemple la résistance à la traction, la résistance au déchirement et la résistance à la flexion excellentes, et des caractéristiques graphiques avec un instrument d'écriture, des caractéristiques d'impression avec les

tampons ou les machines à écrire remarquables, et une excellente aptitude à l'impression avec une encre d'imprimerie.

Le papier synthétique obtenu par le procédé selon l'invention a également une résistance satisfaisante à l'eau et convient pour des usages qui nécessitent une certaine résistance à l'action de l'eau.

Le papier synthétique obtenu par la présente invention est par conséquent utilisable comme matériau d'emballage avec de belles impressions multicolores, comme papier d'impression pour affiches, illustrés, livres ou calendriers, comme matériau ordinaire d'emballage, comme matériau de rembourrage et comme papier d'emballage perméable à l'air. Ces feuilles conviennent particulièrement pour l'impression des dictionnaires. Elles sont également utilisables pour les carnets de poche ou papier à dessin qui nécessitent de bonnes caractéristiques graphiques.

Le papier synthétique selon l'invention est également utilisable comme matériau de construction ou décoratif pour la réalisation de tentures, de cloisons, de toits et de plafonds (au Japon) et également pour l'agriculture ou l'horticulture, en vue de son emploi dans les serres, par exemple.

Divers motifs en relief ou en creux peuvent être ajoutés aux feuilles de papier synthétique obtenues par le procédé selon l'invention ou formés dans celles-ci, par gaufrage ou déformation, et on peut fixer d'autres couches de résines synthétiques à celles ayant servi à la fabrication du papier, par exemple par collage à chaud. Les papiers synthétiques ainsi traités peuvent être employés par exemple pour la reliure des livres ou la confection de sacs.

Les exemples ci-après permettront de mieux comprendre la présente invention. Sauf indication contraire, toutes les parties et pourcentages indiqués ici et dans ce qui suit sont en poids.

Dans ces exemples, la densité et la résistance à la traction des feuilles et la température de fusion de la résine oléfinique ont été mesurées par les procédés ci-après :

densité : par division du poids en g de la feuille par cm^2 par l'épaisseur de ladite feuille en cm (unité : g/cm^3 ; la valeur obtenue est numériquement égale à la densité calculée par rapport à l'eau à 4°).

résistance à la traction : selon la norme ASTM-D 638 avec une

vitesse de traction de 50 mm/mn

Température de fusion : selon la norme ASTM D 2117

- Exemple 1 : On malaxe une résine de polyéthylène basse pression (Hizex 6 100 P, produit de la firme Mitsui Chemical Co Ltd) fondant à 120°C, en utilisant un mélangeur à tambour cylindrique chauffé à 150°C. Le polyéthylène ainsi malaxé est transformé en une feuille d'épaisseur ^{de} 0,5 mm par une presse chauffante chauffée à 180°C. On laisse refroidir la feuille à la température ambiante. Ensuite, on maintient la totalité de cette feuille à 80°C et on la fait passer deux fois entre des cylindres chauffés dont les surfaces sont maintenues à 124°C. Les surfaces de la feuille sont, par conséquent, chauffées à 124°C, mais la couche intérieure de la feuille reste maintenue à 80°C en réglant la vitesse de passage de la feuille à travers les cylindres à 12 m/mn.

- La feuille est ensuite étirée à la température indiquée ci-dessus jusqu'à 2,5 fois ses dimensions originelles, dans le sens longitudinal et dans le sens transversal. La vitesse d'étirage est réglée à 100 cm/mn. Des photomicrographies en coupe de la feuille étirée indiquent que la couche intérieure et les couches superficielles ont une structure poreuse, les dimensions des pores des couches superficielles étant inférieures à celles des pores de la couche intérieure et que la répartition des dimensions des pores est symétrique par rapport à l'axe d'une section transversale de la feuille. La feuille ainsi étirée a une blancheur et une opacité remarquables et sa densité est de 0,665.

- Exemples 2 à 16 : On forme une feuille étirée de 0,5 mm d'épaisseur en une résine oléfinique par un procédé semblable à celui décrit dans l'exemple 1 et on l'étire au même taux dans les sens de la longueur et de la largeur, à raison de 100 cm/mn. La feuille étirée obtenue a une faible densité et est légère. Elle a également une opacité, une régularité et une résistance mécanique satisfaisantes et des caractéristiques d'impression telles que la rétention de l'encre et le séchage de celle-ci également satisfaisantes.

- Une photomicrographie d'une coupe transversale de chacune des feuilles obtenues indique que la couche intérieure et les couches superficielles ont toutes une structure poreuse, que les dimensions des pores des couches superficielles sont inférieures à celles de la couche intérieure et que la répartition des di-

mensions des pores est symétrique par rapport à l'axe d'une section transversale de la feuille. Les résultats sont indiqués sur le tableau 1 (voir pages 34 et 35).

Exemple 17 :

5	Polyéthylène basse pression (Hizer 6100 P)	100 parties
	Copolymère d'éthylène et acétate de vinyle (Evaflex N° 40, marque commerciale d'un produit de la Mitsui Polychemical Co, Ltd)	30 "
	résine de polystyrène (polystyrène Sekisui type HH 500, de la firme Sekisui)	10 "
10	bioxyde de titane	3 "
	mélange de sulfure de zinc et sulfure de baryum	7 "
	Silice pulvérisée	30 "

Le mélange ayant la composition ci-dessus (la température de fusion de la résine oléfinique est de 126°C) est malaxé pendant 20 mn à 150°C à l'aide d'un malaxeur à tambour et transformé en une feuille ayant une épaisseur de 0,5 mm par passage à la calandre à rouleaux. On laisse refroidir la feuille à la température ambiante puis on la chauffe et on la maintient en totalité à 80°C. On fait passer ensuite cette feuille deux fois entre des cylindres chauffés dont les surfaces sont maintenues à 120°C. Les surfaces de la feuille sont chauffées à 120°C, mais la couche intérieure de la feuille est maintenue à environ 80°C en réglant la vitesse d'introduction de la feuille entre les rouleaux chauffés à 11,5 m/mn.

La feuille est ensuite étirée à 2,5 fois ses dimensions originelles, dans le sens de la longueur et dans celui de la largeur.

Des photomicrographies d'une coupe transversale de la feuille étirée indiquent que la couche intérieure et les couches superficielles ont une structure poreuse, les dimensions des pores des couches superficielles étant inférieures à celles des pores de la couche intérieure et la répartition des dimensions des pores est symétrique par rapport à l'axe de la section transversale de la feuille. La feuille ainsi étirée a une densité de 0,595.

Un essai d'aptitude à l'impression est exécuté sur la feuille étirée obtenue. On observe que la feuille étirée obtenue dans le présent exemple a les mêmes caractéristiques de rétention et de séchage de l'encre que le papier couché correspon-

dant existant dans le commerce et on peut l'employer pour des impressions polychromes. Par conséquent, la feuille étirée obtenue ci-dessus a une blancheur, une opacité, une régularité et une résistance mécanique satisfaisantes et peut être employée sans difficulté comme papier d'impression et papier d'emballage.

Exemple 18 :

	Polyéthylène basse pression (Hizex 6 100 P)	50 parties
	Polyéthylène haute pression (Sumikathène F-101-1, produit de la Sumitomo Chemical Co Ltd)	50 "
10	Copolymère de styrène et acétate de vinyle (Sumitome KC-10, également un produit de la Sumitomo)	30 "
	résine phénoxy (PAHJ, marque commerciale d'un produit de la firme Union Carbide Corporation)	15 "
	Kaolin	20 "
15	Silice pulvérisée	20 "
	Bioxyde de titane	5 "

On malaxe pendant 15 mn à 160°C, en utilisant un malaxeur à tambour, un mélange ayant la composition ci-dessus (les résines oléfiniques fondant à 126°C) et le transforme en une feuille de 0,5 mm par passage à la calandre à rouleaux. On laisse refroidir la feuille à la température ambiante puis on la chauffe et la maintient dans sa totalité à 80°C. On fait ensuite passer deux fois cette feuille entre des cylindres chauffés dont les surfaces sont maintenues à 100°C. La vitesse d'introduction de la feuille entre les cylindres chauffés est réglée à 12 m/mn. Cette feuille est étirée à 2,5 fois ses dimensions originelles, dans les sens de la longueur et de la largeur.

Une photomicrographie d'une coupe transversale de la feuille étirée ainsi obtenue indique que les couches intérieures et superficielles ont toutes une structure poreuse, les dimensions des pores de la couche superficielle étant inférieures à celles de la couche intérieure et la répartition des dimensions des pores est symétrique par rapport à l'axe de la section transversale de la feuille. Cette feuille étirée a une densité de 0,580. La feuille ainsi obtenue a une blancheur, une opacité, une régularité et des caractéristiques mécaniques satisfaisantes. L'essai d'aptitude à l'impression indique que les feuilles préparées selon le présent exemple se comportent mieux en ce qui concerne la rétention et le séchage de l'encre que les papiers couchés existant dans le commerce. De plus, on peut les utiliser pour

des impressions polychromes, et elles sont utilisables comme papier pour impression et papier d'emballage.

Exemple 19

- | | | |
|----|---|-------------|
| | Polyéthylène basse pression (Hizex 6 100 P) | 100 parties |
| 5 | Copolymère d'éthylène et acétate de vinyle
(Ultrathène 631, marque commerciale d'un produit
de la Mitsui Polychemical Co Ltd) | 10 " |
| | Polystyrène (polystyrène Sekisui HH 500, mar-
que commerciale d'un produit de la firme Sekisui) | 10 " |
| 10 | Copolymère styrène-butadiène (JSR-52, marque com-
merciale d'un produit de la Japan Synthetic Rubber
Co Ltd) | 20 " |
| | Silice en poudre | 40 " |
| | Bioxyde de titane | 5 " |
- 15 On malaxe pendant 15 mn dans un malaxeur à tambour chauffé à 160°C, le mélange ayant la composition ci-dessus (la résine oléfinique fondant à 126°C) et on transforme le mélange en une feuille ayant une épaisseur de 0,5 mm par passage à la calandre à rouleaux. On laisse refroidir la feuille à la température ambiante et chauffe ensuite la totalité de cette feuille
- 20 à 80°C et la maintient à cette température. On fait ensuite passer deux fois la feuille entre des cylindres chauffés dont les températures superficielles sont maintenues à 120°C. La vitesse d'introduction de la feuille entre les rouleaux est
- 25 ajustée à 12 m/s. La feuille est ensuite étirée à 2,5 fois ses dimensions originelles, dans le sens de la longueur et aussi dans le sens de la largeur.
- Des photomicrographies d'une coupe transversale de la feuille étirée ainsi obtenue indiquent que les couches superficielles et la couche intérieure ont toutes une structure poreuse, les dimensions des pores des couches superficielles étant inférieures à celles de ceux de la couche intérieure, tandis que la répartition des dimensions des pores est symétrique par rapport à l'axe d'une section transversale de la feuille. Cette
- 30 feuille a une densité de 0,583.
- 35 La feuille étirée ainsi obtenue a une blancheur, une opacité, une régularité et des caractéristiques mécaniques excellentes. Un essai d'aptitude à l'impression indique qu'elle a de meilleures caractéristiques de rétention et de séchage de
- 40 l'encre que le papier couché du commerce. On peut l'utiliser

pour des impressions commerciales, et cette feuille s'avère utilisable comme papier d'impression et comme papier d'emballage.

Exemple 20 :

Polyéthylène basse pression (Staflène, marque commerciale d'un produit de la Furukawa Chemical

5	Ind. Co Ltd)	100 parties
	Copolymère de styrène et acétate de vinyle (Ultrathène 631)	10 "
	Polybutadiène (JSR-B-R-01, marque commerciale d'un produit de la Japan Synthetic Rubber Co Ltd)	20 "
10	Polystyrène (polystyrène Sekisui EH-500)	10 "
	Terre d'infusoires	30 "
	Bioxyde de titane	5 "
	Mélange de sulfure de zinc et de sulfate de baryum	10 "

On malaxe pendant 15 mn dans un malaxeur à tambour chauffé à 150°C un mélange ayant la composition ci-dessus (la résine oléfinique fondant à 129°C) et le transforme en une feuille de 0,5 mm d'épaisseur par passage à la calandre à rouleaux. On laisse refroidir la feuille à la température ambiante puis la chauffe et la maintient en totalité à 80°C. On fait ensuite passer cette feuille deux fois entre des cylindres chauffés dont les surfaces sont maintenues à 125°C. La vitesse d'introduction de la feuille entre les cylindres chauffés est réglée à 12 m/mn. La feuille est ensuite étirée à 2,5 fois ses dimensions originales, dans le sens de la longueur et le sens de la largeur.

Une photomicrographie d'une coupe transversale de la feuille étirée ainsi obtenue indique que les couches intérieure et superficielles ont une structure poreuse, que les dimensions des pores des couches superficielles sont inférieures à celles des pores de la couche intérieure et que la répartition des dimensions des pores est symétrique par rapport à l'axe d'une section transversale de la feuille. Cette feuille a une densité de 0,635.

La feuille étirée ainsi obtenue a une blancheur, une opacité et des caractéristiques mécaniques excellentes. Un essai d'aptitude à l'impression indique que les feuilles obtenues comme indiqué ci-dessus ont des caractéristiques de rétention et de séchage de l'encre supérieures à celles du papier couché du commerce. On peut les utiliser pour les impressions polychromes et ces feuilles s'avèrent utilisables comme papier d'impression.

sion et papier d'emballage.

Exemple 21 :

On malaxe dans un malaxeur à tambour chauffé à 150°C une
résine de polyéthylène basse pression (Hizex 6 100 P), fondant
à 126°C, et la transforme en une feuille de 0,5 mm d'épaisseur
en utilisant une presse chauffante portée à 180°C. On laisse re-
freudir cette feuille à la température ambiante puis on la chauf-
fe et la maintient en totalité à 125°C. On fait passer deux fois
la feuille entre des cylindres refroidis par l'eau, dont les sur-
faces sont maintenues à 20°C.

La température de la couche intérieure est maintenue à
125°C, mais les couches superficielles de la feuille sont mainte-
nues à environ 80°C en réglant la vitesse de déplacement de la
feuille entre les cylindres froids à 12 m/mn. On étire ensuite
la feuille à 2,5 fois ses dimensions originelles, dans le sens
longitudinal et le sens transversal.

Une photomicrographie d'une coupe transversale de la feuil-
le étirée obtenue indique que les couches superficielles et in-
térieure ont une structure poreuse, que les dimensions des pores
des couches superficielles étant supérieures à celles de la cou-
che intérieure et que la répartition des dimensions des pores
est symétrique par rapport à l'axe d'une section transversale
de la feuille. Cette feuille a une blancheur et une opacité
excellentes et sa densité est de 0,645.

Exemples 22 à 34 :

On façonne chacun des produits à base de résine oléfinique
figurant sur le tableau 2 en une feuille de 0,5 mm d'épaisseur
en opérant comme dans l'exemple 21 ci-dessus. On étire la feuil-
le obtenue à raison de 50 cm/mn au même taux, dans les direc-
tions longitudinale et transversale, dans les conditions d'éti-
rage indiquées sur le tableau 2. La feuille étirée obtenue a
une faible densité et est, par conséquent, légère. Elle a une opa-
cité et une résistance mécanique excellentes et une bonne ap-
titude à l'impression, par exemple en ce qui concerne la réten-
tion et le séchage de l'encre.

Une photomicrographie d'une coupe transversale de cette
feuille indique que les couches superficielles et intérieure
ont une structure poreuse, que les dimensions des pores des cou-
ches superficielles sont supérieures à celles des pores de la
couche intérieure et que la répartition des dimensions des pores

est symétrique par rapport à l'axe d'une section transversale de la feuille.

Tableau 2, voir page 36).

Exemple 35

On maintient à 125°C une feuille non étirée obtenue de la manière indiquée dans l'exemple 17 et on la fait passer deux fois entre des rouleaux refroidis par l'eau dont les surfaces sont maintenues à 20°C. En même temps, la température de la couche intérieure de la feuille est maintenue à 125°C tandis que les couches superficielles sont maintenues à environ 80°C en ajustant la vitesse de déplacement de la feuille entre les cylindres refroidis à 12,0 m/mn. On étire ensuite la feuille à 2,5 fois ses dimensions originelles dans les directions longitudinale et transversale.

Une photomicrographie d'une coupe transversale de la feuille étirée indique que les couches superficielles et la couche intérieure ont une structure poreuse. Les dimensions des pores de la couche superficielle sont supérieures à celles des pores de la couche intérieure et la répartition des dimensions des pores est symétrique par rapport à l'axe d'une section transversale de la feuille. La feuille étirée ainsi obtenue a une densité de 0,598.

On soumet la feuille étirée ainsi obtenue à un essai d'aptitude à l'impression et on observe que celle-ci est satisfaisante en ce qui concerne les caractéristiques des rétention et de séchage de l'encre. On peut l'utiliser pour des impressions polychromes. Cette feuille a également une blancheur, une opacité, une régularité et des caractéristiques mécaniques excellentes, un toucher semblable à du cuir et une raideur et un toucher semblable à celui d'un papier préparé à partir de matières premières naturelles et est utilisable comme papier d'impression et papier d'emballage.

Exemples 36 à 40 :

Chaque mélange à base de résine figurant sur le tableau 3 est transformé en une feuille non étirée de la manière indiquée dans l'exemple 17 et étirée dans les conditions indiquées dans l'exemple 35. La feuille étirée obtenue a des propriétés semblables à celles de la feuille étirée obtenue dans l'exemple 35.

Exemple 41 : Tableau 3, voir pages 37 et 38).

Résine de polypropylène (Chisso Polypro 1014, de la Chisso Corporation) 100 parties

	Résine de polypropylène (Vistac CC, Chisso Corporation)	10 parties
	Résine phénoxy (PAHJ, Union Carbide Corporation)	10 "
	Polybutadiène (Dienerubber de la firme Asahi	
5	Kasei Kogyo KK)	20 "
	Terre d'infusoires	20 "
	Silice pulvérisée	20 "
	Bioxyde de titane	7 "

On malaxe pendant 15 mn en utilisant un malaxeur à tambour
10 chauffé à 180°C un mélange ayant la composition ci-dessus (la
résine oléfinique fondant à 174°C) et on le transforme en une
feuille de 0,5 mm d'épaisseur par passage à la calandre à rou-
leaux. On laisse refroidir la feuille à la température ambiante
et on la maintient ensuite à 170°C pendant 5 mn. On fait ensui-
15 te passer la feuille deux fois entre des cylindres refroidis
dont les surfaces sont maintenues à 60°C. La surface de la feuil-
le est maintenue à 100°C. La vitesse de déplacement de la feuil-
le entre les rouleaux refroidis est ajustée à 12 m/mn. On étire
ensuite la feuille à 3 fois ses dimensions originelles dans les
20 sens longitudinal et transversal, à raison de 50 cm/mn.

Une microphotographie d'une coupe transversale de la feuil-
le étirée ainsi obtenue indique que les couches superficielles
et la couche intérieure ont une structure poreuse, que les di-
25 mensions des pores de la couche superficielle sont supérieures
à celles des pores de la couche intérieure et que la réparti-
tion des dimensions des pores est symétrique par rapport à l'axe
d'une section transversale de la feuille.

La feuille étirée ainsi obtenue a une blancheur, une opa-
cité, et une résistance mécanique excellentes et l'essai d'ap-
30 titude à l'impression indique que ses caractéristiques de ré-
tention et de séchage de l'encre sont excellentes. La surface
de la feuille a une apparence et un toucher semblables à ceux
du cuir.

Exemple 42

35 On malaxe du polyéthylène de haute densité (Hizex 6100 P)
(fondant à 126°C) en utilisant un malaxeur à tambour chauffé à
150°C et on le transforme en une feuille de 0,5 mm d'épaisseur
par une presse chauffante chauffée à 180°C. On laisse refroi-
dir la feuille à la température ambiante puis on chauffe et
40 maintient à 80°C la totalité de la feuille. On fait passer

quatre fois cette feuille à travers des cylindres dont les surfaces sont maintenues à 110°C. Immédiatement après, on étire la feuille à trois fois ses dimensions originelles, dans les sens longitudinal et transversal, à raison de 60 cm/mn. La température superficielle de la feuille est de 110°C et la température de la couche intérieure de la feuille est maintenue à 80°C environ en réglant la vitesse d'introduction de la feuille entre les cylindres à 12 m/mn.

Une photomicrographie d'une coupe transversale de la feuille obtenue indique que les couches intérieure et superficielles ont une structure poreuse, que les dimensions des pores de la couche superficielle sont inférieures à celles de la couche intérieure et que la répartition des dimensions des pores est symétrique par rapport à l'axe d'une section transversale de la feuille. La feuille obtenue a une densité de 0,638.

La feuille ainsi étirée est ensuite refroidie à la température ambiante et ensuite chauffée et maintenue à 120°C. On étire ensuite cette feuille à 1,8 fois ses dimensions initiales dans les directions longitudinale et transversale à raison de 50 cm/mn. Une micrographie d'une coupe de la feuille obtenue indique que les pores des couches superficielles sont plus petits et plus denses. Cette feuille a une blancheur et une opacité excellentes et sa densité est abaissée à 0,520.

Si toutes les feuilles étirées obtenues dans les exemples 17 à 20 sont à nouveau étirées dans les conditions indiquées ci-dessus, on obtient un papier synthétique ayant des caractéristiques de surface améliorées et une densité diminuée. Les feuilles ainsi obtenues après un nouvel étirage ont une blancheur, une opacité, une régularité et une résistance mécanique excellentes. L'essai d'aptitude à l'impression indique que ce papier synthétique a une meilleure aptitude à l'impression, par exemple en ce qui concerne les caractéristiques de rétention et de séchage de l'encre, que le papier couché du commerce. On peut l'utiliser pour des impressions polychromes et ce papier synthétique s'est avéré utilisable comme papier d'impression et papier d'emballage.

Exemples 43 à 57 :

On transforme tous les mélanges à base de résine figurant sur le tableau 4 en feuilles non étirées de 0,5 mm d'épaisseur, de la manière indiquée dans l'exemple 42. On étire les feuilles

et, de plus, une bonne aptitude à l'impression en particulier en ce qui concerne ses caractéristiques de rétention et de séchage de l'encre.

Tableau 5, voir pages 41 et 42).

5 Exemple 74 :

On malaxe, en utilisant un malaxeur à tambour chauffé à 150°C, une résine de polyéthylène basse pression (Hizex 6100 P) et on la transforme en une feuille de 0,5 mm d'épaisseur par une presse chauffante chauffée à 180°C. On laisse refroidir cette
10 feuille à la température ambiante puis on chauffe et maintient la totalité de cette feuille à 120°C. On fait ensuite passer quatre fois cette feuille entre des cylindres dont les surfaces sont maintenues à 80°C. Immédiatement après son passage, la
15 feuille est étirée à 3 fois ses dimensions originelles dans les directions longitudinale et transversale, à raison de 100 cm/mn. Les surfaces de la feuille se refroidissent dans ces conditions à 80°C, mais la température de la couche intérieure est maintenue à environ 120°C en introduisant la feuille entre les rouleaux à raison de 12 m/mn. Une photomicrographie d'une coupe
20 transversale de la feuille indique que les couches superficielles et intérieure ont une structure poreuse, les dimensions des pores de la couche superficielle sont plus grandes que celles de la couche intérieure et la répartition des dimensions des pores est symétrique par rapport à l'axe de la section transversale
25 de la feuille. La feuille étirée a une densité de 0,643. On laisse ensuite refroidir la feuille à la température ambiante, puis on chauffe la totalité de la feuille et la maintient à 80°C. La feuille est soumise à un second étirage à 1,5 fois ses dimensions après le premier étirage, dans les directions longitudinale et transversale à raison de 50 cm/mn. Une photomicro-
30 graphie d'une coupe transversale de la feuille obtenue indique que les caractéristiques superficielles de la feuille sont encore améliorées et que les couches superficielles ont une structure poreuse, fine et dense. La feuille ainsi obtenue a une
35 blancheur et une opacité excellentes. Elle est très rigide et a un toucher et une apparence semblables à ceux du cuir. La densité de la feuille est de 0,545.

Toutes les feuilles ayant subi un premier étirage obtenues selon les exemples 36 à 41 sont soumises à un nouvel étirage
40 dans les conditions sus-mentionnées. On obtient ainsi un papier

synthétique ayant des caractéristiques superficielles encore améliorées et une densité diminuée. Ces feuilles ainsi étirées ont une blancheur, une opacité et des caractéristiques mécaniques excellentes. Elles ont une grande rigidité et ont un toucher et une apparence superficielle semblables à ceux du cuir. L'essai d'aptitude à l'impression indique qu'elle est satisfaisante, en particulier que ses caractéristiques de rétention et de séchage de l'encre sont bonnes. On peut l'utiliser pour une impression polychrome et les papiers synthétiques ainsi obtenus peuvent être utilisés comme papier d'emballage ou comme papier destiné à la réalisation de locaux d'habitation ou autres, par exemple comme papier-tecture.

Exemples 75 à 87 :

Tous les produits à base de résine oléfinique représentés sur le tableau 6 sont transformés en une feuille non étirée de 0,5 mm d'épaisseur de la manière indiquée dans l'exemple 74, qui est ensuite étirée à raison de 100 cm/mn dans les conditions de premier étirage figurant sur le tableau 6. On laisse ensuite refroidir chaque feuille à la température ambiante et on l'étire à nouveau à raison de 50 cm/mn, dans les conditions de nouvel étirage figurant sur le tableau 6.

Une photomicrographie d'une coupe transversale de la feuille obtenue indique que les couches intérieure et superficielles ont toutes une structure poreuse, que les dimensions des pores des couches superficielles étant supérieures à celles des pores de la couche intérieure et que la répartition des dimensions des pores est symétrique par rapport à l'axe d'une section transversale de la feuille. Cela confirme, par ailleurs, que des pores très fins et très denses se sont formés sur les surfaces. La feuille obtenue a une faible densité et, par conséquent, est légère. Elle a une opacité et des caractéristiques mécaniques excellentes et de bonnes caractéristiques d'impression, en particulier de rétention et de séchage de l'encre.
(Tableau 6, voir pages 43 et 44).

Exemple 88 :

On malaxe dans un malaxeur à tambour chauffé à 150°C une résine de polyéthylène basse pression (Hizex 6100 P), fondant à 126°C et la transforme en une feuille de 0,5 mm d'épaisseur par une presse chauffante chauffée à 180°C. On laisse ensuite refroidir la feuille à la température ambiante puis chauffe à

à nouveau la totalité de cette feuille à 115°C. On fait passer cette feuille quatre fois entre des cylindres chauffés dont les surfaces sont maintenues à 80°C, à la vitesse de 12 m/mn. Immédiatement après ce passage, la feuille est étirée à trois fois ses dimensions originelles, à la fois dans les directions longitudinale et transversale, à raison de 60 cm/mn. La feuille ainsi étirée a une densité de 0,638. On laisse refroidir la feuille obtenue à la température ambiante, la chauffe à 125°C et l'étire à 1,8 fois ses dimensions après un premier étirage, dans les directions longitudinales et transversales à raison de 50 cm/mn. Une photomicrographie d'une coupe transversale de la feuille étirée indique que les dimensions des pores des couches superficielles sont supérieures à celles des pores de la couche intérieure et que la répartition des dimensions des pores est symétrique par rapport à l'axe d'une section transversale de la feuille. On observe également que des pores plus fins et plus denses que les pores formés dans les couches superficielles par le premier étirage sont produits dans la couche superficielle. Les surfaces comportent des pores très fins et très denses. La feuille étirée a une blancheur et une opacité excellentes, une bonne aptitude à l'impression et une densité de 0,510.

Toutes les feuilles ayant subi un premier étirage produites selon les exemples 36 à 41 sont soumises à un second étirage dans des conditions identiques à celles décrites ci-dessus. Le papier synthétique obtenu a des caractéristiques superficielles encore améliorées et une densité moindre.

Exemples 89 à 101 :

Tous les produits à base de résine oléfinique figurant sur le tableau 7 sont transformés en une feuille non étirée de 0,5 mm d'épaisseur et étirée à raison de 60 cm/mn, dans les conditions de premier étirage figurant sur le tableau 7. On laisse refroidir les feuilles à la température ambiante puis les étire à raison de 50 cm/mn dans les conditions de second étirage figurant sur le tableau 7. Une photomicrographie d'une coupe transversale de chaque feuille indique que les couches superficielles et intérieure ont une structure poreuse, que les dimensions des pores de la couche superficielle sont supérieures à celles des pores de la couche intérieure et que la répartition des dimensions des pores est symétrique par rapport à l'axe

d'une section transversale de la feuille. Il se confirme par ailleurs que des pores, qui sont plus petits et plus denses que les pores formés dans les couches superficielles par le premier étirage se sont formés dans les couches superficielles.

5 La feuille obtenue a une densité faible et est, par conséquent, légère. Elle présente une opacité, une régularité et des caractéristiques mécaniques excellentes, et une bonne aptitude à l'impression, en particulier en ce qui concerne la rétention et le séchage de l'encre.

10 (Tableau 7, voir pages 45 et 46).

Exemple 102 :

On malaxe dans un malaxeur à tambour chauffé à 150°C une résine de polyéthylène basse pression (fondant à 126°C) et la transforme en une feuille de 0,5 mm d'épaisseur par une presse chauffante chauffée à 180°C. On laisse refroidir la feuille à la température ambiante puis on la chauffe et la maintient en totalité à 100°C. On fait ensuite passer trois fois cette feuille entre des cylindres dont les surfaces sont maintenues à 160°C. Immédiatement après son passage, la feuille est soumise à un premier étirage à trois fois ses dimensions initiales dans les directions longitudinale et transversale, à raison de 100 cm/mn. La surface de la feuille est chauffée à 160°C mais la couche intérieure est maintenue à 100°C environ, en réglant la vitesse d'introduction de la feuille entre les cylindres à 12 m/mn. La couche intérieure de la feuille obtenue a une structure poreuse et il n'y a pas de pores à sa surface. Cette feuille a une densité de 0,758.

On laisse ensuite refroidir la feuille à la température ambiante et la maintient ensuite à 110°C. Ensuite, on étire la feuille à 1,5 fois sa longueur initiale à raison de 50 cm/mn, dans les directions longitudinale et transversale. Une microphotographie de la feuille ainsi obtenue indique que des pores fins et très denses se sont formés en partant de la couche intérieure en direction des couches superficielles et que ces surfaces ont également une structure poreuse avec des pores fins et très denses. La feuille obtenue a un brillant exceptionnel et une blancheur, une opacité, une régularité et des caractéristiques mécaniques excellentes. La densité de cette feuille est de 0,560.

40 Exemples 103 à 114 : On transforme chacun des produits à base

de résine oléfinique du tableau 8 en une feuille de 0,5 mm d'épaisseur de la manière décrite dans l'exemple 102. On étire cette feuille à raison de 60 cm/mn. On obtient ainsi une feuille régulière ayant une couche intérieure poreuse et des couches superficielles non poreuses.

On laisse refroidir la feuille à la température ambiante et on l'étire ensuite à raison de 50 cm/mn dans les conditions de second étirage indiquées sur le tableau 8. Une photomicrographie d'une coupe transversale de la feuille obtenue indique que les couches intérieure et superficielles ont une structure poreuse avec formation de pores de petites dimensions et très denses à partir de la couche intérieure en direction des couches superficielles. Elle confirme également que des pores fins et denses se sont formés à la surface de ladite feuille. La feuille obtenue a une faible densité et est, par conséquent, légère. Elle a une opacité, une régularité et des caractéristiques mécaniques excellentes et une bonne aptitude à l'impression, en particulier en ce qui concerne les propriétés de rétention et de séchage de l'encre.

Tableau 8, voir pages 47 et 48).

Exemples 115 à 120 :

Tous les produits à base de résine figurant sur le tableau 9 sont malaxés en utilisant un malaxeur à tambour porté à 160°C et ensuite transformés en une feuille de 0,5 mm d'épaisseur par passage à la calandre à rouleaux. Chaque feuille est soumise à un premier étirage dans les conditions indiquées dans l'exemple 102. On obtient ainsi des feuilles ayant une couche intérieure poreuse et des couches superficielles non poreuses.

Les feuilles sont ensuite étirées dans les conditions de second étirage indiquées dans l'exemple 102 de manière à former une feuille comportant également des pores fins et très denses à sa surface. Les résultats sont indiqués sur le tableau 9.

Les feuilles obtenues dans les présents exemples ont une blancheur, une opacité, une régularité et des caractéristiques mécaniques satisfaisantes. L'essai d'aptitude à prendre l'impression indique qu'elles ont une aptitude à l'impression, en ce qui concerne les caractéristiques de rétention et de séchage de l'encre, supérieures à celles du papier couché du commerce. Elles sont utilisables comme papier d'emballage, imprimé en plusieurs couleurs ou comme papier décoratif ou pour la

construction.

Tableau 9, voir pages 49 et 50).

Exemple 121 :

	Polypropylène	110 parties
5	Résine phén oxy	10 "
	Polybutadiène	20 "
	Terre d'infusoires	20 "
	Silice pulvérisée	20 "
	Bioxyde de titane	7 "
10	On malaxe pendant 15 mn, en utilisant un malaxeur à tam-	
	bour chauffé à 180°C, un mélange ayant la composition ci-dessus	
	(la résine de polypropylène fond à 174°C) et on la transforme	
	en une feuille de 0,5 mm d'épaisseur à l'aide d'une presse	
	chauffante. On laisse la feuille refroidir à la température	
15	ambiante et la chauffe puis la maintient à 120°C. On la fait	
	ensuite passer trois fois entre des cylindres dont les surfaces	
	sont maintenues à 200°C, et l'étire immédiatement après à trois	
	fois ses dimensions originelles, dans les directions longitu-	
	dinales et transversales, à raison de 80 cm/mn. La feuille obtenue	
20	a une couche intérieure poreuse, des surfaces lisses non	
	poreuses et une densité de 0,732. On laisse cette feuille re-	
	froidir à la température ambiante, puis la chauffe à 140°C. On	
	étire cette feuille à 1,5 fois ses dimensions après le premier	
	étrirage, à raison de 50 cm/mn, dans les directions longitudina-	
25	le et transversale. Une photomicrographie d'une coupe transver-	
	sale de la feuille étirée ainsi obtenue indique que des pores	
	fins et denses se sont formés à partir des couches superficielles	
	en direction de la couche intérieure et que des pores fins	
	et denses se sont formés à la surface. La densité de la feuille	
30	obtenue est de 0,508. La feuille étirée ainsi obtenue a une	
	blancheur, une opacité et des caractéristiques mécaniques ex-	
	cellentes. L'essai d'aptitude à l'impression indique qu'elle	
	a de bonnes caractéristiques de rétention et de séchage de	
	l'encre. Cette feuille a une raideur, un toucher, une aptitude	
35	à l'impression et des caractéristiques graphiques semblables à	
	celles du papier et présente une aptitude à l'impression supé-	
	rieure à celle de ce dernier en ce qui concerne la rétention	
	et le séchage de l'encre que le papier couché du commerce.	
	Ces feuilles sont utilisables comme papier d'impression, pa-	
40	pier d'emballage et papier pour la décoration et la construc-	

tion.

Exemple 122 :

On chauffe dans un malaxeur à tambour chauffé à 150°C une
résine de polyéthylène basse pression, fondant à 126°C et la
5 transforme en une feuille de 0,5 mm en utilisant une presse
chauffante chauffée à 160°C. On laisse la feuille refroidir à
la température ambiante puis la chauffe en totalité et la main-
tient à 160°C. On fait ensuite passer cette feuille trois fois
entre des rouleaux dont les surfaces sont maintenues à 120°C.
10 La surface de la feuille est refroidie à 120°C mais la tempé-
rature de la couche intérieure est maintenue à environ 160°C en
réglant la vitesse de déplacement de la feuille entre les rou-
leaux à 12 m/mn. Immédiatement après, la feuille est étirée à
trois fois sa longueur originelle, dans les directions longi-
15 tudinale et transversale. Une étude au microscope d'une coupe
transversale de la feuille étirée indique que les couches su-
perficielles ont une structure poreuse tandis que la couche in-
térieure ne comporte pas de pores. La densité de cette feuille
est de 0,770. On laisse refroidir à la température ambiante la
20 feuille ainsi obtenue puis la chauffe et la maintient à 120°C.
On étire ensuite cette feuille à 1,5 fois ses dimensions après
le premier étirage, à raison de 80 cm/mn, dans les directions
longitudinale et transversale. Une photomicrographie d'une
coupe transversale de la feuille ainsi étirée indique que les
25 couches superficielles et intérieure ont une structure poreuse
et que les dimensions des pores des couches superficielles dif-
fèrent de celles des pores de la couche intérieure. La feuille
est brillante et a une blancheur, une opacité et des caracté-
ristiques mécaniques satisfaisantes. Sa densité est de 0,565.

30 Exemples 123 à 134 :

On transforme tous les produits à base de résine oléfi-
nique figurant sur le tableau 10 en une feuille de 0,5 mm
d'épaisseur de la manière indiquée dans l'exemple 122 et les
étire à 100 cm/mn dans les conditions de premier étirage indi-
35 quées sur le tableau 10. La feuille obtenue a des couches su-
perficielles poreuses et une couche intérieure non poreuse,
comme la feuille ayant subi un premier étirage obtenue dans
l'exemple 122. On laisse refroidir les feuilles à la tempé-
rature ambiante puis les étire à raison de 80 cm/mn, dans les
40 conditions de second étirage indiquées sur le tableau 10. Une

microphotographie d'une coupe de la feuille indique que des pores se sont formés également dans la couche intérieure. La feuille obtenue a une faible densité et est par conséquent légère. Son opacité et sa résistance mécanique sont excellentes et elle a une aptitude satisfaisante à l'impression, en ce qui concerne ses caractéristiques de rétention et de séchage de l'encre. (Tableau 10, voir pages 51 et 52).

Exemples 135 et 136 :

On malaxe en utilisant un malaxeur à tambour chauffé à 160°C tous les mélanges à base de résine figurant sur le tableau 11 ci-après et les transforme en une feuille de 0,5 mm d'épaisseur par passage à la calandre à rouleaux et les étire ensuite dans les mêmes conditions d'étirage que dans l'exemple 122. Les feuilles obtenues ont des couches superficielles poreuses et une couche intérieure non poreuse. On étire ensuite les feuilles dans les conditions de second étirage indiquées dans l'exemple 122, et on forme ainsi des feuilles dans lesquelles la couche intérieure comporte également des pores de petites dimensions et très denses. Les résultats sont indiqués sur le tableau 11 (voir page 31).

Exemple 137 :

	Résine de polypropylène	110 parties
	Résine phénoxy	10 "
	Polybutadiène	20 "
25	Terre d'infusoires	20 "
	Silice pulvérisée	20 "
	Bioxyde de titane	7 "

On malaxe en utilisant un malaxeur à tambour chauffé à 160°C un produit ayant la composition ci-dessus (la température de fusion de la résine de polypropylène étant de 174°C) et on transforme le tout en une feuille de 0,5 mm d'épaisseur à l'aide d'une presse chauffante. On laisse refroidir la feuille à la température ambiante puis la chauffe à 200°C. Ensuite, on fait passer cette feuille trois fois entre des cylindres dont les surfaces sont maintenues à 140°C. Immédiatement après ce passage, la feuille est étirée à trois fois ses dimensions originelles, dans les directions longitudinale et transversale.

L'observation au microscope de la feuille étirée indique que les couches superficielles ont une structure poreuse et que la couche intérieure n'est pas poreuse à cause de la fu-

Tableau 11

Exem- ple	Composition de la feuille non étirée		Températu- re de fusion de la résine oléfinique principale (°C)	Densité de la feuille après le premier étirage (g/cm ³)	Densité de la feuille après le second étirage ₃ (g/cm ³)
	Ingédients	Quantité (par- ties en poids)			
135	Polyéthylène basse pression	100	126	0,727	0,503
	Copolymère d'éthylène et acétate de vinyle	10			
	Polybutadiène	20			
	Polystyrène	10			
	Silice pulvérisée	30			
	Bioxyde de titane	5			
	Mélange de sulfure de zinc et sulfate de baryum	5			
136	Polyéthylène moyen- ne, basse pression	50	132	0,753	0,545
	Résine de polyéthylène haute pression	50			
	Copolymère d'éthylène et acétate de vinyle	30			
	Polystyrène	15			
	Kaolin	25			
	Terre d'infusoires	25			
	Bioxyde de titane	7			

sion.

- On laisse refroidir la feuille étirée à la température ambiante puis la chauffe à 140°C. Cette feuille est ensuite étirée à 3 fois ses dimensions après le premier étirage, à raison de 50 cm/mn, dans les directions longitudinale et transversale. Un examen au microscope d'une coupe de la feuille obtenue indique que la couche intérieure est également poreuse. La feuille obtenue a une blancheur, une opacité, et des caractéristiques mécaniques excellentes. La surface de la feuille a un toucher et une apparence semblables à ceux du cuir. Elle a une raideur et une aptitude à l'impression comparables à celles d'un papier préparé à partir de matières premières naturelles. Ces

feuilles, qui peuvent être utilisées pour l'impression par héliogravure sont utilisables comme papier d'emballage, papier pour emballer les coussins et papier destiné à la construction et la décoration.

5 Exemple 138 :

- Les deux extrémités de chacune des feuilles étirées obtenues selon les exemples 1, 21, 42, 58, 102 et 122 sont fixées par un dispositif approprié et maintenues à 120°C. Quand l'ensemble de la feuille a subi un retrait de 5 %, on la refroidit rapidement.
- 10 On observe que la feuille ayant subi un retrait a des pores plus fins et plus denses et une surface plus régulière. La feuille ayant subi un retrait a une raideur et un toucher semblables à ceux d'un papier préparé à partir d'une matière première ^{naturelle} et est utilisable comme papier d'impression et comme papier d'emballage.
- 15 Le tableau ci-après indique les densités des feuilles avant et après le traitement provoquant un retrait.

	Feuille étirée de l'exemple N°	Densité de la feuille étirée	Densité de la feuille ayant subi le retrait
	1	0,665	0,680
20	21	0,645	0,672
	42	0,520	0,541
	58	0,540	0,557
	88	0,510	0,525
	102	0,560	0,574
25	122	0,563	0,578

Exemple 139 :

- Chacune des feuilles étirées obtenues selon les exemples 1, 21, 42, 58, 88, 102 et 122 est soumise à une "surglacage papier" en trois phases sous une pression de 50 kg/cm². Les feuilles
- 30 ainsi obtenues ont des couches superficielles plus fines et plus denses qu'avant ce traitement de surglacage. Les feuilles surglacées ont un brillant superficiel, une régularité, une résistance et une raideur très satisfaisantes. Le brillant des feuilles avant et après traitement est indiqué ci-après : (voir page 33).
- 35

Bien entendu, diverses modifications peuvent être apportées par l'homme de l'art aux dispositifs ou procédés qui viennent d'être décrits uniquement à titre d'exemples non limitatifs sans sortir du cadre de l'invention.

70 46821

-33-

2074338

Feuille étirée de l'exemple n°	Brillant avant traite- ment (%)	Brillant après trai- tement (%)
1	21	29
21	19	27
42	24	32
58	22	31
88	20	28
102	25	35
122	24	33

Tableau 1

Nos	Composition de la feuille non étirée	Température de fusion de la résine oléfinique (°C)	Conditions d'étirage			Densité (g/cm ³)
			Temp. des couches superficielles (°C)	Temp. de la couche interne (°C)	Rapport d'étirage unidirectionnel (°C)	
2	Polyéthylène basse pression	126	120	100	3	0,655
3	Polyéthylène basse pression (100 parties) Polyéthylène chloré 5 parties)	126	120	100	3	0,638
4	Polyéthylène basse pression (100 parties) Polyéthylène chloré (10 parties)	126	120	100	3	0,625
5	Polyéthylène basse pression (100 parties) Polyéthylène chloré (10 parties)	126	120	80	3	0,603
6	Polyéthylène chloré (100 parties) Poudre de silice (10 parties)	126	120	100	3	0,620
7	Polyéthylène basse pression (100 parties) Polyéthylène chloré (10 parties) Poudre de silice (10 parties)	126	120	100	3	0,613
8	Polyéthylène basse pression (100 parties) Polybutadiène (10 parties)	126	120	100	3	0,623
9	Polyéthylène basse pression (100 parties) Polybutadiène (10 parties)	126	125	110	1,5	0,785
10	Polyéthylène basse pression (100 parties) Polybutadiène (10 parties)	126	80	60	5	0,375

(à suivre)

Tableau 1 (suite)

Exem- ples N°	Composition de la feuille non étirée	Températu- re de fu- sion de la résine oléfinique (°C)	Conditions d'étirage			Densité (g/cm ³)
			Temp. des cou- ches su- perfi- cielles (°C)	Temp. de la couche interne (°C)	Rapport d'éti- rage unidi- rection- nel	
11	Résine de poly- propylène	174	130	110	3	0,628
12	Polypropylène (100 parties) polyéthylène chloré (10 parties)	174	130	110	3	0,618
13	Polypropylène (100 parties) Polybutadiène (10 parties)	174	130	110	3	0,610
14	Polypropylène (100 parties) Poudre de silice (10 parties)	174	130	110	3	0,610
15	Polypropylène (100 parties) Poudre de silice (10 parties) Polyéthylène chloré (10 parties)	174	130	110	3	0,593
16	Polypropylène (100 parties) Polybutadiène (10 parties)	174	130	110	1,5	0,758

Tableau 2

Exem- ples N°	Composition de la feuille non étirée	Tempéra- ture de fusion de la ré- sine olé- finique (°C)	Conditions d'étirage			Densité (g/cm ³)
			Temp. des cou- ches su- perfi- cielles (°C)	Temp. de la d'eti- couche- inter-uni- ne rection- nel	Rapport de la d'eti- couche- inter-uni- ne rection- nel	
22	Polyéthylène basse pression	126	100	120	3	0,648
23	Polyéthylène basse pression	126	60	120	3	0,623
24	Polyéthylène basse pression (100 parties) Polyéthylène chloré (5 parties)	126	100	120	3	0,635
25	Polyéthylène basse pression (100 parties) Polyéthylène chloré (5 parties)	126	60	100	3	0,618
26	Polyéthylène basse pression (100 parties) Polyéthylène chloré (5 parties)	126	100	120	1,5	0,780
27	Polyéthylène basse pression (100 parties) Polyéthylène chloré (5 parties)	126	100	120	6	0,383
28	Polyéthylène basse pression (100 parties) Poudre de silice (10 parties)	126	100	120	3	0,628
29	Polypropylène (100 parties)	174	110	140	3	0,630
30	Polypropylène (100 parties)	174	60	120	3	0,608
31	Polypropylène (100 parties) Polybutène (5 parties)	174	110	140	3	0,633
32	Polypropylène (100 parties) Polybutène (5 parties)	174	60	120	3	0,588
33	Polypropylène (100 parties) Polybutène (5 parties)	174	110	140	1,5	0,748
34	Polypropylène (100 parties) Polybutène (5 parties)	174	110	140	6	0,365

Tableau 3

Exemple	Composition de la feuille non étirée		Température de fusion de la résine oléfinique (°C)	Densité du produit étiré (g/cm ³)
	Ingrédients	Quantité (en parties en poids)		
36	Polyéthylène basse pression (Hizex 6100P)	100	126	0,588
	Copolymère d'éthylène Acétate de vinyle (Ultrathène 631)	10		
	Copolymère d'éthylène Acétate de vinyle (Sumitane KC-10)	30		
	Résine de polystyrène (Sekisui Styrol HII-500)	10		
	Oxyde de titane	5		
	Terre de diatomées	30		
	Carbonate de calcium	20		
37	Polyéthylène basse pression (Hizex 6100P)	100	126	0,595
	Copolymère éthylène/acétate de vinyle (Ultrathène G 31)	10		
	Résine de polystyrène (Sekisui Polystyrol HII-500)	10		
	Copolymère styrène/butadiène (K-101, marque du commerce de Shell Chemical)	20		
	Poudre de silice	40		
	Oxyde de titane	5		
38	Résine de polyéthylène moyenne-basse pression (Staiffene E-603, marque du commerce de Furukawa Chemical Industry Co., Ltd.)	50	129	0,604
	Résine de polyéthylène haute pression (Sumikathene F-101-1, marque du commerce de Sumitomo Chemical)	50		
	Copolymère éthylène/acétate de vinyle (Evaflex No 40)	30		

(à suivre)

Tableau 3 (suite)

Exemple	Composition de la feuille non étirée		Température de fusion de la résine oléfinique (°C)	Densité du produit étiré (g/cm ³)
	Ingrédients	Quantité (en parties en poids)		
38	Résine de polystyrène (Sekisui Polystyrol HH-500)	15		
	Kaolin	25		
	Terre de diatomées	25		
	Oxyde de titane	7		
39	Polyéthylène basse pression (Hizex 5300 B, marque du commerce de Mitsui Chemical)	100	130	0,600
	Copolymère éthylène/acétate de vinyle (Ultracene 631)	10		
	Polybutadiène (JSR-B-R-01, Japan Synthetic Rubber Co., Ltd.)	20		
	Polystyrène (Denka Styrol HI-E-2, marque du commerce de Denki Kagaku Kogyo K.K.)	10		
	Poudre de silice	30		
	Oxyde de titane	5		
	Mélange de sulfure de zinc/sulfate de baryum	10		
40	Résine de polybutène (Polybutène BT, Huls Corporation)	100	135	0,590
	Polybutadiène (JSR-BR-01)	10		
	Copolymère styrène/butadiène (K-101)	20		
	Résine de polyacétal (Duracon, Polyplastics Corp.)	10		
	Kaolin	20		
	Terre de diatomées	20		
	Oxyde de titane	7		

Tableau 4

70 46821
-39-
2074338

Exemple N°	Composition de la feuille non Ingrédients		Temp. de fusion de la résine oléfi- nique (°C)	Conditions d'étirage primaire			Densité de la feuille obtenue après étirage primaire (g/cm³)	Conditions d'éti- rage secondaire		Densité de la feuille obtenue après l'étira- ge se- condaire (g/cm³)
	Quantité (par- ties en poids)			Temp. de la couche super- ficielle (°C)	Temp. de la couche inter- ne(°C)	Rapport d'étira- ge unidi- rection- nel		Tempé- rature (°C)	Rapport d'étira- ge	
43		Polyéthylène basse pression	126	120	3	100	0,645	125	1,5	0,536
44	100 5	Polyéthylène basse pression Polyéthylène chloré	126	100	3	80	0,628	115	1,5	0,505
45	100 15	Polyéthylène basse pression Polyéthylène chloré	126	100	3	80	0,600	115	1,5	0,486
46	100 10 10	Polyéthylène basse pression Polyéthylène chloré Silice en poudre	126	100	3	80	0,595	115	1,5	0,463
47	100 10 30	Polyéthylène basse pression Polyéthylène chloré Silice en poudre	126	100	3	80	0,575	115	1,5	0,448
48	100 10	Polyéthylène basse pression Polyéthylène chloré	126	100	3	60	0,585	115	1,5	0,450

(à suivre)

70 46821

40

2074338

Tableau 4 (suite)

Exem- ples N°	Composition de la feuille non étirée		Temp.de fusion de la résine oléfi- nique (°C)	Conditions d'étirage primaire		Densité de la feuille obtenue après étirage primaire (g/cm ³)	Conditions d'eti- rage secondaire		Densité de la feuille obtenue après l'étira- ge se- condaire) (g/cm ³)
	Ingrédients	Quantité (par- ties en poids)		Temp. de la couche super- ficiel- le (°C)	Temp. Rapport de la d'eti- rage inter-uni- nel (°C)		Tempé- rature (°C)	Rapport d'eti- rage	
49	Polypropylène		174	130	110 3	0,628	140	1,5	0,485
50	Polypropylène Polybutadiène 5		174	120	100 3	0,623	130	1,5	0,470
51	Polypropylène Polybutadiène 10		174	120	100 3	0,618	130	1,5	0,463
52	Polypropylène Polyéthylène chloré 10		174	120	100 3	0,620	130	1,5	0,465
53	Polypropylène Silice en poudre 20		174	120	100 3	0,605	130	1,5	0,442
54	Polypropylène Polyéthylène chloré 10 Silice en poudre 10		174	120	100 3	0,605	130	1,5	0,453
55	Polypropylène Polyéthylène chloré 10 Silice en poudre 20		174	120	100 3	0,590	130	1,5	0,435
56	Polypropylène Polyéthylène chloré 10 Silice en poudre 20		174	100	80 3	0,575	120	1,5	0,422
57	Polypropylène Polyéthylène chloré 10 Silice en poudre 20		174	120	100 2	0,750	130	1,2	0,708

70 46821

4-1

2074338

Tableau 5

Exem- ples N°	Composition de la feuille non étirée		Temp. de fusion de la résine oléfi- nique (°C)	Conditions d'étirage primaire			Densité de la feuille obtenue après étirage primaire (g/cm ³)	Conditions d'étirage secondaire		Densité de la feuille obtenue après étirage secondaire (g/cm ³)
	Ingédients	Quantité (par- ties en poids)		Temp. de la couche super- ficielle (°C)	Temp. de la couche inter- ne (°C)	Rapport d'étirage direct- tionnel		Tempé- rature (°C)	Rapport d'étirage	
59	Polyéthylène basse pression		126	120	110	3	0,658	80	1,5	0,548
60	Polyéthylène basse pression Polyéthylène chloré 10	100 10	126	120	100	3	0,635	80	1,5	0,535
61	Polyéthylène basse pression Polyéthylène chloré 10	100 10	126	120	100	3	0,625	80	1,5	0,523
62	Polyéthylène basse pression Polyéthylène chloré 10 Silice en poudre	100 10 10	126	120	100	3	0,610	80	1,5	0,496
63	Polyéthylène basse pression Polyéthylène chloré 10 Silice en poudre	100 10 20	126	120	100	3	0,602	80	1,5	0,472
64	Polyéthylène basse pression Polyéthylène chloré 10	100 10	126	120	80	3	0,605	80	1,5	0,478
65	Polypropylène	100	174	130	110	3	0,628	100	1,5	0,465
66	Polypropylène Polybutadiène	100 5	174	120	105	3	0,620	90	1,5	0,433

(à suivre)

Tableau 5 (suite)

Exem- ples N°	Composition de la feuille non étirée		Temp.de fusion de la résine oléfi- nique (°C)	Conditions d'étirage primaire			Densité de la feuille obtenue après étirage primaire (g/cm³)	Conditions d'étir- age secondaire Tempéra- ture (°C)	Rapport d'étira- ge	Densité de la feuille obtenue après l'étira- ge se- condaire (g/cm³)
	Ingrédients	Quantité (par- ties en poids)		Temp. de la couche super- ficielle (°C)	Temp. de la couche inter- médiaire (°C)	Rapport d'étira- ge uni- direc- tionnel				
67	Polypropylène Polybutadiène	100 10	174	120	105	3	0,610	90	1,5	0,425
68	Polypropylène Polyéthylène chloré	100 10	174	120	105	3	0,623	90	1,5	0,430
69	Polypropylène Silice en poudre	100 20	174	120	105	3	0,607	90	1,5	0,415
70	Polypropylène Polyéthylène chloré Silice en poudre	100 10 10	174	120	105	3	0,605	90	1,5	0,418
71	Polypropylène Polyéthylène chloré Silice en poudre	100 10 20	174	120	105	3	0,595	90	1,5	0,403
72	Polypropylène Polyéthylène chloré Silice en poudre	100 10 20	174	120	105	3	0,595	75	1,5	0,385
73	Polypropylène Polyéthylène chloré Silice en poudre	100 10 20	174	120	105	2	0,595	90	1,2	0,495

Tableau 6

Exem- ples N°	Composition de la feuille non étirée		Temp. de fusion de la résine oléfi- nique (°C)	Conditions d'étirage			Densité de la feuille obtenue après étirage primaire (g/cm ³)	Conditions d'éti- rage secondaire Tempéra- ture (°C)	Densité de la feuille obtenue après l'étirage secondaire (g/cm ³)	
	Ingrédients	Quantité (par- ties en poids)		Temp. de la couche super- ficielle (°C)	Temp. de la couche inter- ne (°C)	Rapport d'étira- ge uni- directionnel				
75	Polyéthylène basse pression		126	100	120	3	0,648	100	1,5	0,568
76	Polyéthylène basse pression		126	80	120	3	0,643	100	1,5	0,533
77	Polyéthylène basse pression Polyéthylène chloré	100 5	126	100	120	3	0,635	80	1,5	0,530
78	Polyéthylène basse pression Polyéthylène chloré	100 5	126	60	100	3	0,618	80	1,5	0,525
79	Polyéthylène basse pression Polybutadiène	100 5	126	100	120	3	0,623	80	1,5	0,525
80	Polyéthylène basse pression Polybutadiène Silice en poudre	100 5 10	126	100	120	3	0,618	80	1,5	0,520
81	Polypropylène		174	120	140	3	0,635	100	1,5	0,470

(à suivre)

70 46821

43-

2074338

Tableau 6 (suite)

Exem- ples N°	Composition de la feuille non étirée		Temp. de fusion de la résine oléfi- nique (°C)	Conditions d'étirage primaire			Densité de la feuille obtenue après étirage primaire (g/cm ³)	Conditions d'éti- rage secondaire,		Densité de la feuille obtenue après l'étirage secondaire (g/cm ³)
	Ingrédients	Quantité (par- ties en poids)		Temp. de la couche super- ficielle (°C)	Temp. de la couche inter- ne (°C)	Rapport d'étira- ge uni- direc- tionnel		Tempéra- ture (°C)	Rapport d'éti- rage	
82	Polypropylène Polyéthylène chloré	100 5	174	110	130	3	0,630	100	1,5	0,440
83	Polypropylène Polybutadiène	100 5	174	110	130	3	0,625	100	1,5	0,435
84	Polypropylène Silice en poudre	100 10	174	110	130	3	0,610	100	1,5	0,433
85	Polypropylène Polybutadiène	100 5	174	80	100	3	0,590	80	1,5	0,427
86	Polypropylène Polybutadiène	100 5	174	80	100	5	0,398	80	2,5	0,350
87	Polypropylène Polybutadiène	100 5	174	140	150	1,8	0,730	130	1,2	0,718

2074338

Tatleau 2

Exem- ples N°	Composition de la feuille non étirée		Temp. de fusion de la résine oléfi- nique (°C)	Conditions d'étirage primaire			Densité de la feuille obtenue après l'étirage primaire (g/cm ³)	Conditions d'éti- rage secondaire		Densité de la feuille obtenue après l'étirage secondaire (g/cm ³)
	Ingrédients	Quantité (par- ties en poids)		Temp. de la couche super- ficiel- le (°C)	Temp. de la couche inter- ne (°C)	Rapport d'étira- ge uni- direc- tionnel		Tempé- rature (°C)	Rapport d'éti- rage	
89	Polyéthylène basse pression		126	100	120	3	0,643	125	1,5	0,536
90	Polyéthylène basse pression		126	80	120	3	0,643	125	1,5	0,515
91	Polyéthylène basse pression		126	70	100	3	0,625	125	1,5	0,508
92	Polyéthylène basse pression Polyéthylène chloré	100 5	126	80	115	3	0,630	125	1,5	0,503
93	Polyéthylène basse pression Polyéthylène chloré	100 5	126	60	80	3	0,565	120	1,5	0,475
94	Polyéthylène basse pression Polyéthylène chloré	100 5	126	80	115	1,8	0,770	125	1,2	0,735

(à suivre)

Tableau 7 (suite)

Exem- ples N°	Composition de la feuille non étirée		Temp. de fusion de la résine ulfini- quée (°C)	Conditions d'étirage primaire			Densité de la feuille obtenue après étirage primaire (g/cm ³)	Conditions d'éti- rage secondaire		Densité de la feuille obtenue après l'étirage secondaire (g/cm ³)
	Ingrédients	Quantité (par- ties en poids)		Temp. de la couche super- ficielle (°C)	Temp. de la couche inter- ne (°C)	Rapport d'étira- ge uni- forme directionnel		Tempé- rature (°C)	Rapport d'éti- rage	
95	Polyéthylène basse pression Polyéthylène chloré	100 5	126	80	115	6	0,385	125	2,0	0,305
96	Polyéthylène basse pression Polybutadiène	100 5	126	80	115	3	0,620	125	1,5	0,500
97	Polyéthylène basse pression Silice en poudre	100 10	126	80	115	3	0,620	125	1,5	0,495
98	Polypropylène	100	174	120	140	3	0,635	145	1,5	0,485
99	Polypropylène Polybutadiène	100 5	174	110	130	3	0,625	140	1,5	0,470
100	Polypropylène Polybutadiène	100 5	174	110	130	1,8	0,740	140	1,2	0,715
101	Polypropylène Polybutadiène	100 5	174	110	130	6	0,390	140	2	0,320

70 46821

-46-

2074338

Tableau 8

Exem- ples N°	Composition de la feuille non étirée		Temp. de fusion de la résine oléfi- nique (°C)	Conditions d'étirage primaire			Densité de la feuille obtenue après étirage primaire (g/cm ²)	Conditions d'éti- rage secondaire		Densité de la feuille obtenue après étirage second- aire (g/cm ²)
	Ingrédients	Quantité (par- ties en poids)		Temp. de la couche super- ficielle (°C)	Temp. de la couche inter- ne (°C)	Rapport d'étira- ge uni- directionnel		Tempé- rature (°C)	Rapport d'éti- rage	
103	Polyéthylène basse pression		126	160	110	3,0	0,763	110	1,5	0,568
104	Polyéthylène basse pression		126	160	80	3,0	0,745	110	1,5	0,545
105	Polyéthylène basse pression Polyéthylène chloré	100 5	126	160	110	3,0	0,755	110	1,5	0,540
106	Polyéthylène basse pression Polyéthylène chloré	100 5	126	160	110	1,8	0,799	110	1,2	0,735
107	Polyéthylène basse pression Polyéthylène chloré	100 5	126	160	110	6,0	0,420	110	1,8	0,368
108	Polyéthylène basse pression Silice en poudre	100 10	126	160	110	3,0	0,740	110	1,5	0,538

(À suivre)

Tableau 8 (suite)

Exem- ples N°	Composition de la feuille non étirée		Temp. de fusion de la résine oléfi- nique (°C)	Conditions d'étirage primaire			Densité de la feuille obtenue après étirage primaire (g/cm ³)	Conditions d'éti- rage secondaire		Densité de la feuille obtenue après l'étir- rage secon- daire (g/cm ³)
	Ingrédients	Quantité (par- ties en poids)		Temp. de la couche super- ficielle (°C)	Temp. de la couche inter- ne (°C)	Rapport d'étira- ge uni- direc- tionnel		Tempé- rature (°C)	Rapport d'éti- rage	
109	Polypropylène		174	200	130	3,0	0,735	120	1,5	0,525
110	Polypropylène Polyéthylène chloré	100 5	174	200	130	3,0	0,725	120	1,5	0,485
111	Polypropylène Polybutadiène	100 5	174	200	130	3,0	0,720	120	1,5	0,478
112	Polypropylène Polybutadiène	100 5	174	200	130	1,8	0,759	120	1,2	0,702
113	Polypropylène Polybutadiène	100 5	174	200	130	6,0	0,398	120	1,8	0,335
114	Polypropylène Polybutadiène	100 5	174	200	130	6,0	0,398	60	1,8	0,315

Tableau 9

Exemple	Composition de la feuille non étirée		Température de fusion de la résine oléfinique principale (°C)	Densité de la feuille après étirage primaire (g/cm ³)	Densité de la feuille après étirage secondaire (g/cm ³)
	Ingrédients	Quantité (parties en poids)			
115	Polyéthylène basse pression	100	126	0,735	0,520
	Copolymère éthylène/acétate de vinyle	40			
	Résine de polystyrène	10			
	Oxyde de titane	5			
	Terre de diatomées	30			
	Carbonate de calcium	20			
116	Polyéthylène basse pression	100	125	0,725	0,510
	Copolymère éthylène/acétate de vinyle	10			
	Polystyrène	10			
	Copolymère styrène/butadiène	20			
	Silice en poudre	40			
	Oxyde de titane	10			
117	Polyéthylène basse pression	100	132	0,720	0,496
	Copolymère éthylène/acétate de vinyle	10			
	Résine de polystyrène	10			
	Copolymère styrène/butadiène	20			
	Silice en poudre	40			
	Oxyde de titane	10			

(à suivre)

Tableau 9 (suite)

Exemple	Composition de la feuille non étirée		Température de fusion de la résine oléfinique principale (°C)	Densité de la feuille après étirage primaire (g/cm ³)	Densité de la feuille après étirage secondaire (g/cm ³)
	Ingrédients	Quantité (parties en poids)			
112	Polyéthylène moyenne pression	100	126	0,750	0,533
	Polyéthylène haute pression	50			
	Copolymère éthylène/acétate de vinyle	30			
	Polystyrène	15			
	Kaolin	25			
	Terre de diatomées	25			
	Oxyde de titane	7			
119	Polyéthylène basse pression	100	126	0,720	0,500
	Copolymère éthylène/acétate de vinyle	10			
	Polybutadiène	20			
	Polystyrène	10			
	Silice en poudre	30			
	Oxyde de titane	5			
	Mélange sulfure de zinc/sulfate de baryum	10			
120	Résine de polybutène	100	134	0,725	0,505
	Polybutadiène	10			
	Copolymère styrène/butadiène	20			
	Résine de polyacétal	10			
	Kaolin	20			
	Terre de diatomées	20			
	Oxyde de titane	7			

Tableau 10

Exem- ples N°	Composition de la feuille non étirée		Temp. de fusion de la résine oléfi- nique (°C)	Conditions d'étirage primaire			Densité de la feuille obtenue après étirage primaire (g/cm ³)	Conditions d'éti- rage secondaire		Densité de la feuille obtenue après étira- ge se- condai- re (g/ cm ³)
	Ingrédients	Quantité (par- ties en poids)		Temp. de la couche super- ficiel- le (°C)	Temp. de la couche inter- ne (°C)	Rapport d'étira- ge uni- direc- tionnel		Tempé- rature (°C)	Rapport d'éti- rage	
123	Polyéthylène basse pression		132	126	160	3,0	0,765	110	1,5	0,555
124	Polyéthylène basse pression Polyéthylène chloré	100 5	126	120	160	3,0	0,760	110	1,5	0,540
125	Polyéthylène basse pression Polyéthylène chloré	100 5	126	80	160	3,0	0,738	80	1,5	0,525
126	Polyéthylène basse pression Polyéthylène chloré	100 5	126	120	160	1,8	0,795	110	1,2	0,735
127	Polyéthylène basse pression Polyéthylène chloré	100 5	126	120	160	6,0	0,427	110	1,5	0,385

(à suivre)

Tableau 10 (suite)

Exem- ples N°	Composition de la feuille non étirée		Temp. de fusion de la résine en moule (°C)	Conditions d'étirage primaire			Densité de la feuille obtenue après étirage secondaire (g/cm ³)	Conditions d'étirage secondaire		Densité de la feuille obtenue après étirage secondaire (g/cm ³)
	Ingrédients	Quantité (par- ties en poids)		Temp. de la couche super- ficielle (°C)	Temp. de la couche inter- ne (°C)	Rapport d'étirage unilaté- ral		Tempé- rature (°C)	Rapport d'étirage	
128	Polyéthylène basse pression	100	126	120	160	3,0	0,754	110	1,5	0,538
129	Silice en poudre	10	174	140	200	3,0	0,748	140	1,5	0,485
130	Polypropylène									
131	Polypropylène Polyéthylène chloré	100 5	174	140	200	3,0	0,731	140	1,5	0,465
132	Polypropylène Polybutadiène	100 5	174	140	200	3,0	0,727	140	1,5	0,460
133	Polypropylène Polybutadiène	100 5	174	140	200	4,8	0,772	140	1,2	0,702
134	Polypropylène Polybutadiène	100 5	174	140	200	6,0	0,405	140	1,8	0,357
								80	1,8	0,323

RE V E N D I C A T I O N S

- 1.- Procédé d'obtention d'un papier synthétique caractérisé en ce que l'on étire une feuille non étirée de résine oléfinique, soit à une température inférieure à la température de fusion de ladite résine, la température de la couche intérieure de la feuille différant de celle des couches superficielles d'au moins 10°C, soit à une température telle que l'une ou l'autre des couches superficielles et la couche intérieure sont maintenues à une température inférieure au point de fusion de ladite résine tandis que l'autre est maintenue à une température au moins égale à la température de fusion de ladite résine mais ne dépassant pas ladite température de fusion de plus de 40°C.
- 2.- Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que ladite résine oléfinique est choisie dans le groupe constitué par les homopolymères, copolymères et mélange de ceux-ci d'oléfiniques avec 2 à 4 atomes de carbone.
- 3.- Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que ladite résine oléfinique contient au maximum 100 parties en poids d'une résine peu compatible avec ladite résine oléfinique, pour 100 parties en poids de cette dernière.
- 4.- Procédé selon la revendication 3, caractérisé en ce que ladite résine ayant une faible compatibilité est choisie dans le groupe ci-après : résines de styrène, résines polyamide, résines de polyacétal, résines de polyacrylate, résines de chlorure de vinyle, résines d'acétate de vinyle, résine phénoxy et résines élastomères de poids moléculaire élevé telle que le caoutchouc de butadiène ou de styrène.
- 5.- Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que l'indice de fusion de ladite résine oléfinique ne dépasse pas 10.
- 6.- Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce qu'une charge minérale finement pulvérisée est incorporée dans ladite résine oléfinique.
- 7.- Procédé selon la revendication 6, caractérisé en ce que ladite charge minérale est choisie dans le groupe constitué par la terre d'infusoires, la silice, le talc, le kaolin, la zéolite, les micas, l'amiante, le carbonate de calcium, le carbonate de magnésium, le sulfate de calcium, l'argile, l'alumine, le sulfate de baryum, le sulfate de zinc, la lithopone, le bioxyde de titane et la fleur de zinc.
- 8.- Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce